

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-105427

(43)Date of publication of application : 27.04.1993

(51)Int.Cl.

C01F 17/00

(21)Application number : 03-296522

(71)Applicant : SANTOKU KINZOKU KOGYO KK

(22)Date of filing : 17.10.1991

(72)Inventor : NAKANO YOSHIO  
SAKUTA ATSUSHI  
MATSUOKA AKIRA

## (54) RECTANGULAR PRISM-SHAPED YTTRIUM OXIDE AND ITS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To improve dense packing property by adding an aq. ammonium oxalate soln. to an aq. yttrium nitrate soln. and forming a precipitate of ammonium yttrium oxalate, which is then separated by filtration, washed, dried and fired.

CONSTITUTION: High purity yttrium oxide is dissolved in nitric acid and a proper amt. of water is added to prepare an aq. yttrium nitrate soln. having 0.5-10wt.% concn. An aq. ammonium oxalate soln. having 0.5-10wt.% concn. is added to the yttrium nitrate soln., stirred at ordinary temp. and aged for 10-30min. to form a precipitate of ammonium yttrium nitrate. This precipitate is separated by filtration, washed, dried at 110-180° C and fired at 750-900° C for 1-12hr to obtain the objective rectangular prism-shaped yttrium oxide of 0.1-10μm particle diameter.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

4

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-105427

(43)公開日 平成5年(1993)4月27日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 0 1 F 17/00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 9040-4G

審査請求 未請求 請求項の数2(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平3-296522

(22)出願日 平成3年(1991)10月17日

(71)出願人 000176660

三徳金属工業株式会社

兵庫県神戸市東灘区深江北町4丁目14番34号

(72)発明者 中野 凱夫

神戸市東灘区深江北町4丁目14番34号 三徳金属工業株式会社内

(72)発明者 作田 敦

神戸市東灘区深江北町4丁目14番34号 三徳金属工業株式会社内

(72)発明者 松岡 晃

神戸市東灘区深江北町4丁目14番34号 三徳金属工業株式会社内

(74)代理人 弁理士 酒井 一 (外2名)

(54)【発明の名称】 直方体形酸化イットリウム及びその製造方法

(57)【要約】

【構成】 粒径0.1～10.μmの直方体形であることを特徴とする酸化イットリウム。及び硝酸イットリウム水溶液に、蔞酸アンモニウム水溶液を添加して、蔞酸アンモニウム・イットリウム塩の沈殿物を作成した後、濾別、洗浄、乾燥、焼成することを特徴とする前記の酸化イットリウムの製造方法。

【効果】 本発明の酸化イットリウムは、均一な粒径を有し、且つ直方体形状であるので、充填に際して十分密に充填することができる。また本発明の製造方法は、粒径の均一な、直方体形の酸化イットリウムを得ることができる。

(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 粒径 0.1～10 $\mu$  の直方体形であることを特徴とする酸化イットリウム。

【請求項 2】 硝酸イットリウム水溶液に、蓚酸アンモニウム水溶液を添加して、蓚酸アンモニウム・イットリウム塩の沈殿物を作成した後、濾別、洗浄、乾燥、焼成することを特徴とする請求項 1 記載の酸化イットリウムの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、カラーテレビ、照明用ランプ等の蛍光体、機能性セラミックの添加剤等として利用可能な酸化イットリウム及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来より酸化イットリウムは、カラーテレビブラウン管の蛍光体、蛍光灯等の照明用ランプの蛍光体等に用いられており、特に最近では、高画質大画面の映像が得られる投射型テレビ、高演色蛍光ランプの蛍光体、ファインセラミックスの焼結助剤等の用途拡大によって、より緻密に充填可能な酸化イットリウムの開発が望まれている。

【0003】しかしながら、従来の酸化イットリウムの粒形は、不定形、棒状、針状等であり、充填に際して十分密に充填することができないという問題がある。

【0004】また従来の酸化イットリウムの製造方法としては、イットリウムの鉍酸水溶液に、苛性ソーダやアンモニウムを反応させて水酸化物を作成するか、または蓚酸等を添加して、沈殿物を得、次いで濾別、洗浄、乾燥、焼成する方法が知られている。しかしながら、該方法では粒形の均一な酸化イットリウムが得られず、また粒度分布も広く不揃いであるという問題がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、充填に際して十分密に充填することができる、直方体形の酸化イットリウム及びその製造方法を提供することにある。

【0006】また本発明の別の目的は、粒形及び粒径の揃った酸化イットリウムを容易に得ることができる酸化イットリウムの製造方法を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、粒径 0.1～10 $\mu$  の直方体形であることを特徴とする酸化イットリウムが提供される。

【0008】また本発明によれば、硝酸イットリウム水溶液に、蓚酸アンモニウム水溶液を添加して、蓚酸アンモニウム・イットリウム塩の沈殿物を作成した後、濾別、洗浄、乾燥、焼成することを特徴とする前記酸化イットリウムの製造方法が提供される。

【0009】以下本発明を更に詳細に説明する。

2

【0010】本発明の酸化イットリウムは、使用の際に十分密に充填することができ、酸化イットリウムの優れた特性を最大限に引き出すことが可能な、特定の粒径及び特定の形状を有する。この際酸化イットリウムの純度は、必ずしも 100% である必要はなく、通常の許容範囲において、例えば、La、Pr、Nd、Tb、Dy、Er、Yb 等の不純物を 35 重量% 以下程度含有していても良い。

【0011】本発明の酸化イットリウムにおける前記特定の粒径は、0.1～10 $\mu$  の範囲である。前記粒径が 0.1 $\mu$  未満の場合には、焼成時の焼結性が大きく、単分散粒子とならず、10 $\mu$  を超えると、沈殿作成時における共晶及び焼結により粒径が不均一となるので前記範囲内とする必要がある。

【0012】また本発明の酸化イットリウムにおける前記特定の形状は、キュービック形を含む直方体形であり、特に使用時において、より緻密に充填することが可能なキュービック形（立方晶形）であるのが好ましい。

【0013】本発明の酸化イットリウムの製造方法は、先ず硝酸イットリウム水溶液に、蓚酸アンモニウム水溶液を添加して、蓚酸アンモニウム・イットリウム塩の沈殿物を作成する。

【0014】前記硝酸イットリウム水溶液に用いる硝酸イットリウムとしては、通常の針状などの粒形の酸化イットリウムと硝酸とを反応させて得られる硝酸イットリウム等を好ましく用いることができる。また前記硝酸イットリウムの濃度は、硝酸イットリウム水溶液全体に対して 0.5～10 重量% とするのが好ましい。前記濃度が 0.5 未満の場合には、粒径の均一な粒子を得ることはできるものの工業的に非能率であり、10 を超えると沈殿作成時における粒径が不均一となるので好ましくない。

【0015】また前記蓚酸アンモニウム水溶液に用いる蓚酸アンモニウムとしては、市販の蓚酸アンモニウム等を好ましく挙げることができ、また前記蓚酸アンモニウムの濃度は、蓚酸アンモニウム水溶液全体に対して 5～10 重量% の範囲とするのが好ましい。前記濃度が、5 重量% 未満の場合には、反応総液量が増加して工業的に非能率であり、10 を超えると蓚酸の飽和溶解度を超えるので好ましくない。

【0016】前記硝酸イットリウム水溶液に前記蓚酸アンモニウム水溶液を添加して、蓚酸アンモニウム・イットリウム塩の沈殿物を作成する際の前記硝酸イットリウム水溶液と前記蓚酸アンモニウム水溶液との混合割合は、重量比で、1：1 とするのが好ましい。また添加に際しては、温度を 10～30℃ とし、適度に攪拌を行なうのが好ましく、添加終了後は、10～30 分間程度熟成させるのが沈殿収率を良くするために好ましい。

【0017】次いで、本発明の製造方法においては、得られた蓚酸アンモニウム・イットリウム塩を、濾別・洗

(3)

3

浄・乾燥・焼成する。

【0018】前記濾別を行なうには、得られた沈殿物が微粒子の場合にはフィルタープレス、粗粒子の場合には遠心分離等の公知の濾過方法等を用いて行なうことができる。

【0019】また前記洗浄を行なうには、純水等を用いて、デカンテーションまたは濾過中における洗滌法等により行なうことができる。

【0020】更に前記乾燥を行なうには、箱型乾燥機を用いるか、または連続方式等により、110～180℃の温度条件にて行なうことができる。

【0021】更にまた前記焼成する際の焼成を行なうには、好ましくは焼成温度750～900℃にて、焼成時間1～12時間焼成する等して行なうことができる。前記焼成温度が750℃未満の場合には、未焼成部分が残り、900℃を超えると2次焼成が生じるので好ましくない。

【0022】

【発明の効果】本発明の酸化イットリウムは、直方体形であるので、蛍光体膜、セラミックス添加剤等に用いる際の、充填に際して、十分密に充填することができるので、蛍光体に用いた場合には、発光強度を向上させることができ、セラミックス添加剤等に用いた場合には、割れ、歪、変形を防止でき、更には焼結性も向上する。従って、カラーテレビ、照明用ランプ等の蛍光体、機能性セラミックスの添加剤等として有用である。

【0023】また本発明の製造方法は、粒度分布が揃っ

4

ており、粒形が均一な、直方体形の酸化イットリウムを容易に得ることができる。

【0024】

【実施例】以下本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0025】

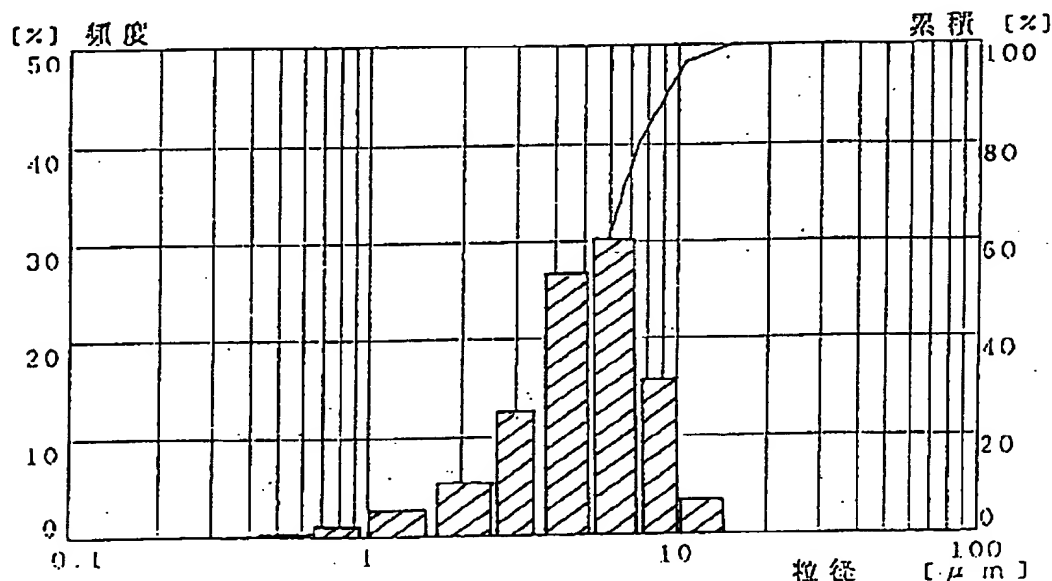
【実施例1】高純度酸化イットリウム（純度99.99%、三徳金属工業（株）製）100gを試薬用硝酸（濃度70%）470mlに溶解し、更に水を加えて、2500mlの水溶液とした。次いで得られた水溶液に、別に作成した濃度7.3%の蔞酸アンモニウム水溶液を3500ml添加し、常温下にて30分間攪拌を行なった後、20分間熟成して蔞酸アンモニウム・イットリウム塩の沈殿物を得た。次いで該沈殿物を、濾紙を用いて濾過した後、純水により洗浄し、次いで180℃にて15分間乾燥を行なった。乾燥終了後、電気炉に入れて700℃にて、1時間焼成を行ない、直方体形の酸化イットリウムを100g得た。得られた酸化イットリウムの粒度分布を、マイクロトラック法により測定した。結果を図1に示す。また得られた酸化イットリウムの粒子構造を示す電子顕微鏡写真（2000倍、尚写真下部の白線1単位は10μmを示す）を図2に示す。

【図面の簡単な説明】

【図1】 図1は、実施例1で得た酸化イットリウムの粒度分布を示すグラフである。

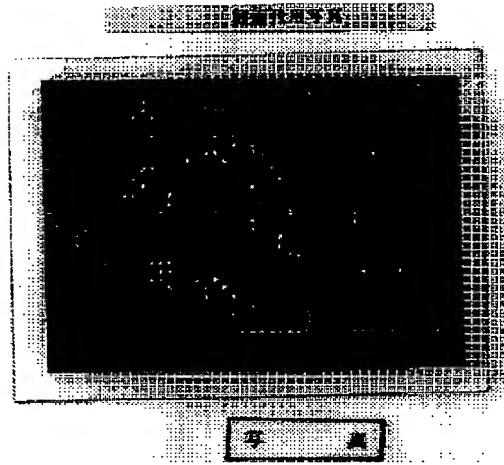
【図2】 図2は、実施例1で得た酸化イットリウムの粒子構造を示す電子顕微鏡写真である。

【図1】



(4)

【図2】



BEST AVAILABLE COPY